

JP99/4199
日本特許庁
 4 PATENT OFFICE
 JAPANESE GOVERNMENT

03.09.99

REC'D 22 OCT 1999
WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
 Date of Application: 1998年 8月 4日

出願番号
 Application Number: 平成10年特許願第220914号

出願人
 Applicant(s): 科学技術振興事業団

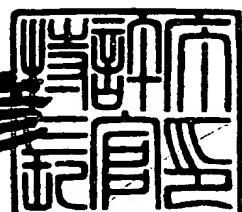
SS-Lawrence
 885
 11-2-91

**PRIORITY
 DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
 COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年10月 8日

特許庁長官
 Commissioner,
 Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 / 出証特平11-3067586

【書類名】 特許願
【整理番号】 NP98030
【提出日】 平成10年 8月 4日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 G02F 1/35
【発明の名称】 非線形光学結晶
【請求項の数】 1
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府吹田市山田西 2-8、 A-9-310
【氏名】 佐々木 孝友
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府交野市私市 8-16-9
【氏名】 森 勇介
【特許出願人】
【識別番号】 396020800
【氏名又は名称】 科学技術振興事業団
【代理人】
【識別番号】 100093230
【弁理士】
【氏名又は名称】 西澤 利夫
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 009911
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 非線形光学結晶

【特許請求の範囲】

【請求項1】 式： $K_2 Al_2 B_2 O_7$ で表わされる非線形光学結晶。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この出願の発明は、非線形光学結晶に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、真空紫外光発生用波長変換結晶等として有用な、新しい非線形光学結晶に関するものである。

【0002】

【従来の技術と発明の課題】

レーザー技術の発展とともに、その応用面を考慮した性能を有する固体レーザーの実現が重要な課題になっている。このような課題の一つとして、より短波長の全固体真空紫外レーザー光源の実用化がある。

短波長の全固体真空紫外レーザー光源の実現のためには、複屈折率が0.07程度で、吸収端が150～160 nmと短波長にある非線形光学結晶が必要とされているが、従来では、この特性を満たすものとして、

$Sr_2 Be_2 B_2 O_7$ (S B B O)、

$KBe_2 BO_3 F_2$ (K B B F)

が知られている。

【0003】

しかしながら、この従来公知のS B B OおよびK B B Fは、ともに結晶育成が極めて困難であって、入手することが難しいという大きな問題があった。

このため、この出願の発明は、従来のS B B OやK B B Fに代わって、結晶育成による入手が容易で、しかも所要の特性を備えてもいる、新しい全固体真空紫外光発生用の非線形光学結晶を提供することを課題としている。

【0004】

【課題を解決するための手段】

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、式： $K_2 Al_2 B_2 O_7$ で表わされる非線形光学結晶を提供する。

【0005】

【発明の実施の形態】

この出願の発明として提供される $K_2 Al_2 B_2 O_7$ で表わされる非線形光学結晶（KAB結晶と略称することができる）についてその発明の実施の形態について説明すると、まずこのKAB結晶は、電荷が異なるにもかかわらず、構造を変えることなしに、前記公知のSBBO結晶、つまり、 $Sr_2 Be_2 B_2 O_7$ のSrサイトにKが、BeサイトにAlが完全置換された構造を有している。

【0006】

そして、この発明のKAB結晶は、複屈折率が0.07と、公知のSBBO結晶と同程度の性質を有してもいる。このため、真空紫外光の発生が期待できる。

KAB結晶の育成については、たとえばフラックス法等の方法によって容易に育成することができる。

フラックス（融剤）法は液相成長法の一種であって、TSSG(Top Seeded Solution Growth)、つまり、回転軸に取付けた種結晶を溶液表面に浸け、温度低下により過飽和度を大きくし、結晶を成長させることを特徴とし、かつ、フラックス（融剤）と原料を融解することをも特徴としている。

【0007】

KAB結晶は融点が高いことから、メルト法（融液成長法）よりもフラックス法（溶液成長法）による育成とすることが好ましい。

このフラックス法においては、酸化鉛や、弗化鉛、そして塩化カリウムなどをフラックスとして用いると育成がより容易となる。

このため、この発明のKAB結晶は、育成が容易な実用性に優れたものであって、実用的な真空紫外光発生用の非線形光学結晶として極めて有用である。

【0008】

以下に実施例を示し、さらに詳しくこの発明について説明する。

【0009】

【実施例】

原料物質として次の組成のもの；

K_2CO_3 (34モル%)、

Al_2O_3 (19モル%)、

B_2O_3 (45モル%)、

KCl (2モル%)

を用い、図1に例示した育成炉において結晶を育成した。図1の育成炉は、円筒型抵抗加熱炉の構成を有し、この炉はヒーターが鉛直方向に5層に分かれており、それぞれ独立な制御が可能である。このヒーターの制御部として、0.1°C単位まで制御可能な温度プログラム設定器を使用し、ヒーターと坩堝の間には石英管を配置し、坩堝付近の急激な温度勾配を抑制している。坩堝は白金製のものを使用し、炉の下部にある昇降装置で坩堝台が上下し、加熱状態での原料充填ができるようになっている。また溶液表面の温度変化を補正するため、溶液表面加熱ヒーターを設置することで、液面付近の蒸発による温度低下を防止し、育成に最適な温度分布が得られるように工夫されている。約1000°Cの温度において、大気の雰囲気下に溶解し、これを冷却して微結晶を育成した。温度降下速度は0.2~0.3°C/dayとし、回転数は30 rpm (3分毎に反転)とした。

【0010】

以上の育成によって、約3mmの大きさの結晶が得られた。

この結晶は、プラズマ発光分析法 (ICP) による分析の結果、 $K_2Al_2B_2O_7$ の組成を持ち、その結晶構造は、図2および図3に4軸X線回折法による結果を示したように、SBBO結晶の構造と同じで、SrサイトにKが、BeサイトにAlが100%置換した構造であることが確認された。

【0011】

また、この結晶について、油浸法により複屈折率を測定したところ、その値は0.07であって、SBBO結晶と同程度であることが確認された。

従来のKBBF結晶の最短SHG波長が185nm以下、SBBO結晶が200nm以下であることからも、この発明のKABも200nm程度まで位相整合可能であることが留意される。

【0012】

そして、この発明のKAB結晶は、SBB0やKBBFの場合に比べて、その育成ははるかに容易で効率的に行われる。

なお、育成されたKAB結晶のヴィッカース硬度は約300で、また、常温での浸漬による耐水性試験の結果からは、KAB結晶は10日以上経過後も溶解しないことが確認された。

【0013】

【発明の効果】

この出願の発明によって、育成が容易な、実用性の高い真空紫外光発生用の非線形光学結晶として $K_2Al_2B_2O_7$ (KAB) 結晶が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】

実施例において用いた育成炉の断面構成図である。

【図2】

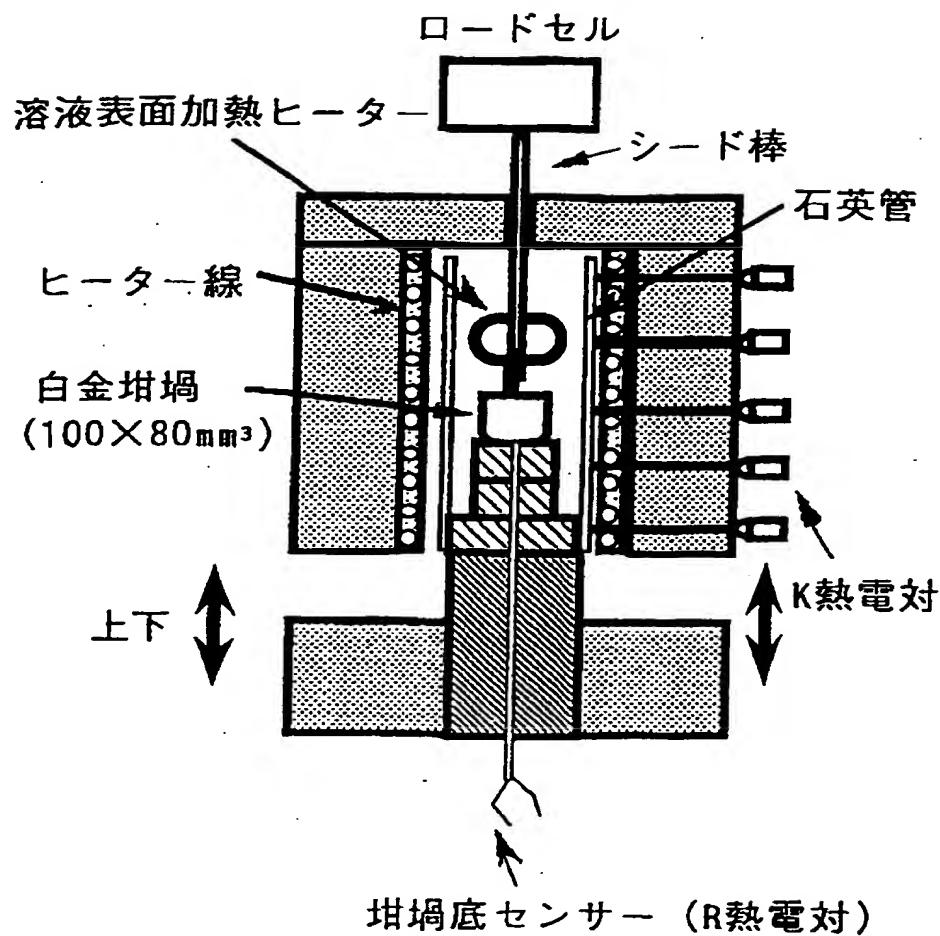
この発明のKAB結晶の構造を示したX線回折の結果を示した図である。

【図3】

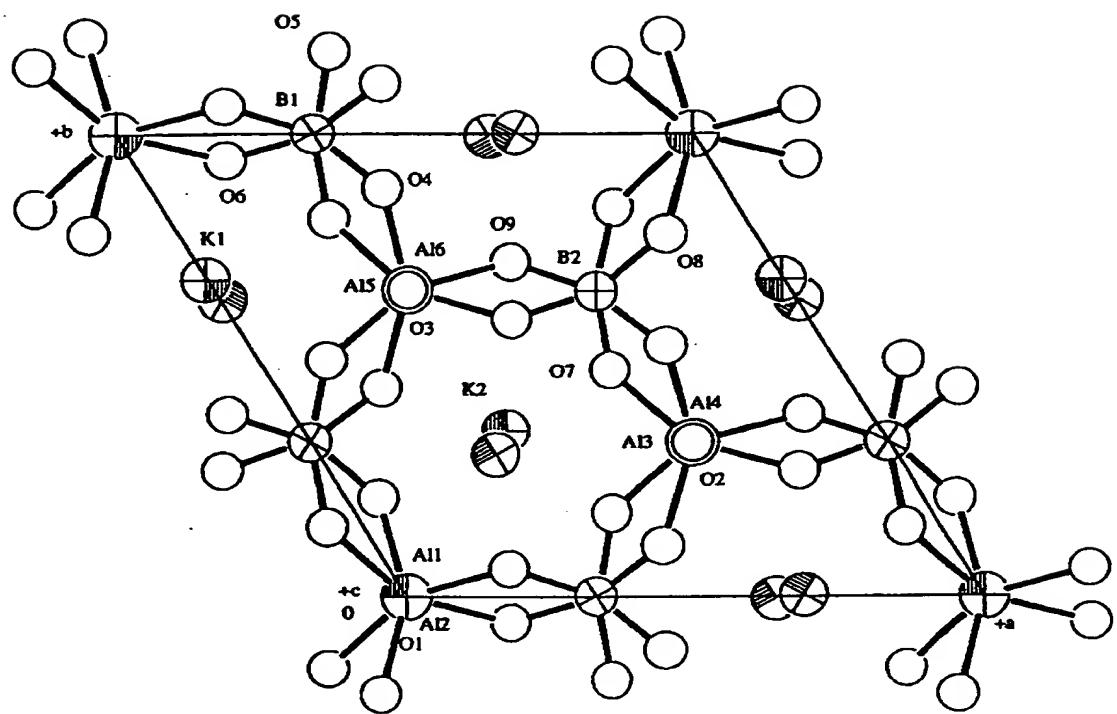
図1と同様のX線回折の結果を示した図である。

【書類名】 図面

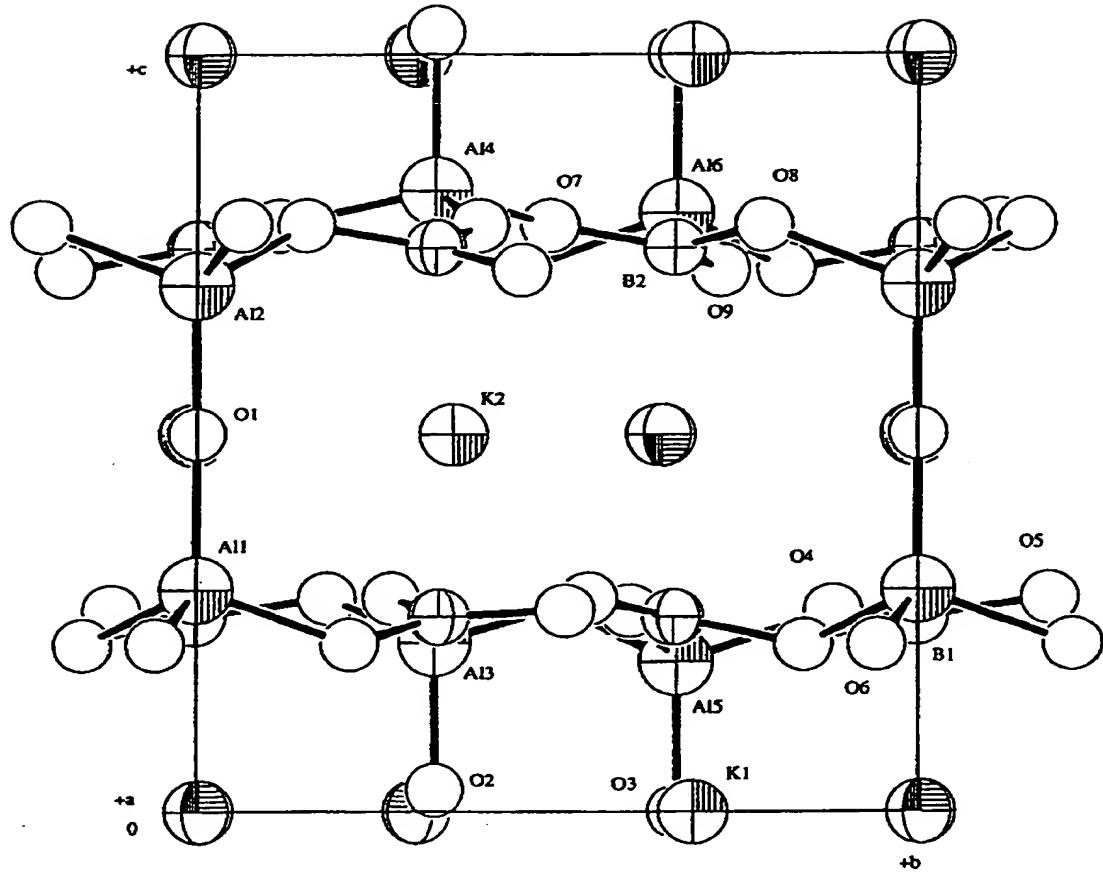
【図1】



【図2】



【図3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 育成が容易な実用性の高い真空紫外光発生用の非線形光学結晶を提供する。

【解決手段】 式： $K_2 Al_2 B_2 O_7$ で表わされる非線形光学結晶とする。

【選択図】 図2

【書類名】 職權訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】 396020800

【住所又は居所】 埼玉県川口市本町4丁目1番8号

【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

【代理人】

【識別番号】 100093230

【住所又は居所】 東京都渋谷区宇田川町37-10 麻仁ビル6階

西澤国際特許事務所

【氏名又は名称】 西澤 利夫

出願人履歴情報

識別番号 [396020800]

1. 変更年月日 1998年 2月24日

[変更理由] 名称変更

住 所 埼玉県川口市本町4丁目1番8号

氏 名 科学技術振興事業団